PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

01-275130

(43) Date of publication of application: 02.11.1989

(51)Int.CI.

B32B 7/02

Early flow or whose pagesting toda contain a toda or and princentupo accurate a today or whose pagesting and provided account to the containing and a second and a second account to the containing account to the containing and a second account to the containing acco

B32B 3/30

(21)Application number: 63-104258

(71)Applicant : ASAHI GLASS CO LTD

(22)Date of filing:

28.04.1988

(72)Inventor: YONEDA TAKASHIGE

WAKABAYASHI TSUNEO

(54) LOW REFLECTION TRANSPARENT MOLDED PIECE

(57)Abstract:

PURPOSE: To suitably hold the balance of reflection preventing capacity and light ray transparency by forming a coating film of low reflection coating film composition made of specific compound or its hydrolyzed material on a transparent plastic base material having an uneven scattering surface.

CONSTITUTION: A coating film of low reflection coating film composition made of a compound or its hydrolyzed material represented by formulae A and B is formed on a transparent plastic base material having an uneven scattering surface. The base material includes acrylic resin, polystyrene resin, etc., the roughness of the uneven scattering surface preferably has wavelength of 1/50W5times as long as that of a visible light ray, and a sandblasting, an etching with chemicals, etc., is employed. A forming method for the film includes a dipping coating, a rotary coating, a spray coating, etc., and it is heated, after coating, to form a cured coating film.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP) . (12) 特 許 公 報 (B2)

(11)特許番号

第2629813号

(45)発行日 平成9年(1997)7月16日

(24)登録日 平成9年(1997)4月18日

(51) Int.Cl. ⁶		識別記号	庁内整理番号	FΙ			技術表示箇所
B 3 2 B	7/02	103		B 3 2 B	7/02	103	
	27/00	101			27/00	101	

請求項の数4(全 10 頁)

(21)出願番号	特顧昭63-104258	(73)特許権者	99999999
			旭硝子株式会社
(22)出願日	昭和63年(1988) 4月28日		東京都千代田区丸の内2丁目1番2号
		(72)発明者	米田 貴重
(65)公開番号	特開平1 <i>-2</i> 75130	(1-)	神奈川県横浜市神奈川区羽沢町松原1150
(43)公開日	平成1年(1989)11月2日	(72)発明者	若林 常生
(40) 22 96 11	TM1 T(1505)117, 2 U	(72)无明有	
		(-) =	神奈川県横浜市神奈川区羽沢町松原1150
		(74)代理人	弁理士 内田 明 (外3名)
		審査官	鴨野 研一
		(56)参考文献	特開 昭59-202228 (JP, A)
		(00) \$ 32,150	特公 昭53-15743 (JP, B2)
			何公 内35-15745 (J.P., B.Z.)
		ļ	

(54) 【発明の名称】 低反射透明成形体

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】散乱性凹凸表面を有する透明プラスチック 基材の該表面に、低反射塗膜組成物(イ)または低反射 塗膜組成物(ロ)、の塗膜を形成し硬化してなるととを 特徴とする低反射透明成形体。

低反射塗膜組成物(イ):下記式(A)で表される化合 物もしくはその部分加水分解物、および、下記式(B) で表される化合物もしくはその部分加水分解物からなる 低反射塗膜組成物。

反射塗膜組成物(ロ):下記式(A)で表される化合物 10 と下記式(B)で表される化合物の共部分加水分解物か らなる低反射塗膜組成物。

$$\begin{array}{cccc}
R^{1}_{3-a} & R^{2}_{3-b} \\
 & & \\
 & & \\
X_{a}Si-Rf-SiX_{b}
\end{array}$$
(A)

R3cR4SiY4 - (c + d)

(式中、12,121) (式中、1 たは炭素数1~6の炭化水素基、パパは同一または異 なていてもよく炭素数 1~16の有機基、Rfはパーフルオ ロアルキレン基含有の2価の有機基、X,Yは加水分解性 基を示し、a,bは1~3の整数、c,dは0~2の整数であ って c + d ≤ 3 である。)

【請求項2】R²がエポキシ基含有有機基である請求項1 の低反射透明成形体。

【請求項3】低反射塗膜組成物が、式(A)で表される 化合物もしくはその部分加水分解物の1~99重量%およ び式(B)で表される化合物もしくはその部分加水分解 物の99~1重量%からなる低反射塗膜組成物(イ)、ま たは、式(A)で表される化合物の1~99重量%と式

(B) で表される化合物の99~1 重量%の共部分加水分

解物からなる低反射塗膜組成物(ロ)である請求項] の 低反射透明成形体。

【請求項4】散乱性凹凸表面が可視光線の1/50から5倍までの波長の粗度面である請求項1の低反射透明成形体。

【発明の詳細な説明】

[産業上の利用分野]

本発明は、その表面反射を防止し、防眩性が高められるとともに、可視光線透過率の低下がなく、その視認性の向上された透明プラスチック基材よりなる低反射透明 10 成形体に関するものである。

[従来の技術]

一般に、プラスチック材料、特に透明プラスチック材料は透明性に加えて、自身の有する軽量、耐衝撃性および易加工性などの特性を利用して、建築物の窓・ドアー・間仕切り、ショーウインド・ショーケース、車輌の窓・照明灯レンズ・計器類の保護板・2輪車の風防・OA機器のハウジング、光学レンズ・メガネレンズなどの広い分野に応用されている。

しかしながら、それらプラスチック材料の表面は太陽 20 光、照明光の反射によるギラツキや眩しさ、あるいは周 囲の景観が映り透明性や透視性が阻害されたり、光の反射により光線透過率が低下してプラスチックを通してみると明るさが損なわれるという問題がある。かかる問題は、例えば近年省エネルギー政策の面から進められている太陽光の集光機において集光部に用いられる透明材料の表面での反射損失の増大を招いたり、また、自動車に装備される指示計器類の損傷を防止するための透明保護板における反射像の映りによるメーター、文字板等の視認性の低下を招くことになる。 30

また、プラスチック材料は耐擦傷性、耐熱性等に問題のあることは従来より知られているところである。

したがって、ブラスチック材料表面での低反射化、さらに耐擦傷性の向上に関し、その表面に反射防止膜やバードコート膜、あるいはそれらの多層膜について多くの提案がなされている。低反射化としてはブラスチック材料と屈折率の異なる主として無機物、例えばSiQ、Al₂O₃、ZrQ、TiQ、などの金属酸化物の低屈折率の薄膜と高屈折率の薄膜とを交互に真空蒸着法、スパッリング法、イオンビーム法などで形成することなよく知られている。また、高分子物質からなる低反射処理剤をブラスチック材料の表面に塗布、吹き付け、あるいは処理剤中に浸漬することによって低反射性の塗膜を形成する処理方法や低反射処理剤も実用化されている。さらに、ブラスチック材料表面に緻密な凹凸状の加工を施こし、低反射化を計るという試みもなされている。

而して、上記の種々なる低反射化の方法において、無機物の薄膜を形成する方法は装置が高価であるため反射防止されたプラスチックが高価となる、適用材料が制約される、薄膜の密着性が低い、耐衝撃性の低下を招く、

薄膜形成工程における熱履歴により変形、光学歪を生ずるなどの問題点がある。また、高分子物質からなる低反射処理剤の塗膜は有機材料の屈折率の自由度が小さいために反射防止能を充分に高めることが困難であり、しかも耐久性に劣るという問題を有している。さらに、プラスチック材料の表面を緻密な凹凸状に加工する方法は低反射化という点で効果を示すとしても光線透過率の低下を招き両者の特性のバランスの維持が困難であった。特にいずれの方法によっても、表面へのほこりの付着などによる反射防止能の低下を防ぐことはなし得なかった。[発明の解決しようとする課題]

本発明は、プラスチック材料の低反射化における前記の如き問題点を解消するためになされたものであり、したがって、その目的とするところでは比較的安価に、反射防止能が付加され得て、しかも光線透過率とのバランスが適度に保たれる低反射透明成形体を新規に提供することにある。さらに本発明の他の目的はプラスチック基材の表面に形成される低反射塗膜が基材に密に、かつ強固に接着されてなり、耐擦傷性、耐久性に優れた低反射塗膜が形成された低反射透明成形体を提供することにある。

[課題を解決するための手段]

即ち、本発明は散乱性凹凸表面を有する透明プラスチック基材の該表面に、低反射塗膜組成物(イ)または低反射塗膜組成物(ロ)、の塗膜を形成し硬化してなることを特徴とする低反射透明成形体を提供する。

低反射塗膜組成物(イ):下記式(A)で表される化 合物もしくはその部分加水分解物、および、下記式

(B)で表される化合物もしくはその部分加水分解物か 30 らなる低反射塗膜組成物。

反射塗膜組成物(ロ):下記式(A)で表される化合物と下記式(B)で表される化合物の共部分加水分解物からなる低反射塗膜組成物。

$$\begin{array}{cccc}
R^{1}_{3-a} & R^{2}_{3-b} & (A) \\
\downarrow & & \downarrow \\
X_{a}Si-Rf-SiX_{b}
\end{array}$$

 $R^3 c R^4 d SiY_{4-(c+d)}$ (B)

(式中、 R^1 , R^1 は同一または異なっていてもよく水素または炭素数 $1 \sim 6$ の炭化水素基、 R^1 , R^1 は同一または異40 なっていてもよく炭素数 $1 \sim 16$ の有機基、Rfはパーフルオロアルキレン基含有の 2 価の有機基、X,Yは加水分解性基を示し、A,Bは $1 \sim 3$ の整数、C,Bは $0 \sim 2$ の整数であって $C + d \leq 3$ である。)

本発明における透明プラスチック基材としては、例えばアクリル樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリスチレン樹脂、ジエチレングリコールビス(アリルカーボネート)(以下、PPC社商品名"CR-39"という)重合体、CR-39とスチレンとの共重合体、CR-39とジアリルフタレートとの共重合体、(ハロゲン化)ビスフェノールAのジアリルカーボネート重合体およびその共重合体、(ハ

ロゲン化)ビスフノールAのジ(メタ)アクリレート重合体およびその共重合体、(ハロゲン化)ビスフェノールAのウレタン変性(メタ)アクリレート重合体およびその共重合体などが挙げられる。

本発明はかかる透明プラスチック基材が散乱性凹凸表面を有することが重要である。その散乱性凹凸表面の粗度は可視光線の1/50から5倍までの波長の粗度面であるのが好適である。而して、その凹凸表面の粗度は上記の範囲内において、要求される反射防止性と凹凸部への塗布による効果の低減、さらには下記に詳述する低反射塗10膜組成物の屈折率とを考慮して決定される。ここで、上記の範囲を外れて細かい場合は、低反射塗膜組成物の塗布により実用的に凹凸による効果が消失し低反射性が実現しない。また、粗が大きく荒い場合は低反射塗膜組成物の塗布の繰り返しを必要としてコスト的に不利となりさらに基材の凹凸部のレンズ効果により、透視像に歪を生ずるなどの好ましくない現象が発現し易くなる。

透明プラスチック基材の表面を散乱性凹凸面とする方法としてはサンドプラスト、化学製品によるエッチング処理あるいは凹凸状に加工されたガラスあるいは金型を 20用いてプラスチックを成形して、そのプラスチックに凹凸状表面を転写させる方法、さらには凹凸状を形成させるクリヤー塗料を塗布する方法等を採用し得て、それらの方法は後の工程等を加味して目的に応じて適宜選択される。

かくして散乱性凹凸表面の形成された透明プラスチック基材の該表面に低反射塗膜組成物の塗膜が形成される。本発明の低反射塗膜組成物は低反射塗膜組成物

* (イ)または低反射塗膜組成物 (ロ) のいずれかである。

低反射塗膜組成物(イ):式(A)で表される化合物 もしくはその部分加水分解物、および、式(B)で表さ れる化合物もしくはその部分加水分解物からなる低反射 塗膜組成物。

反射塗膜組成物(ロ):式(A)で表される化合物と式(B)で表される化合物の共部分加水分解物からなる 低反射塗膜組成物。

而して、式(A)で表される化合物としてはパーフルオロキレン基含有化合物であって、フッ素原子の分極率が小さくしたがって屈折率も低く低反射性、高透過性を発現するための必須の成分である。また、この化合物は得られる塗膜の耐擦傷性を高めるためにも欠くことのできない成分でもある。かかる化合物の代表例を示すと

X 3 S i C 2 H 4 C F C F 2 C F (C F 2) n C F C 2 H 4 S i X 8 ĊFa ĊFa ĊFs X 2 S i C 2 H 4 C F C F 2 C F (C F 2) n C F C 2 H 4 S i X 2 ĆF_s ĊF_s Ć H a ĊFs X a SiC 2 H 4 CF CF 2 O (CF 2) n O CF 2 CF C 2 H 4 SiX a CF s CF a X2SiC2H4CFCF2O(CF2) nOCF2CFC2H4SiX2 ĊНз CF a ĊFs CHs

(式中、Xは加水分解性基、nは4~16の整数を示す。)

が挙げられる。而して上記例示においてXは具体的には ハロゲン、アルコキシ、オキシム、ケトオキシム、オキ シアルキレン基などであり、好ましくはハロゲン、アル コキシ基である。 また、式(B)で表わされる化合物としての有機シラン化合物は、基材への付着性、得られる塗膜の硬度および低反射性、組成物の寿命等の目的に応じて適宜選択されるが、基材への付着性の点からエボキシ基含有シラン化合物を用いるのがより好ましい。エボキシ基含有シラン化合物として例えば、

グリシドキシメチルトリメトキシシラン グリシドキシメチルトリエトキシシラン α-グリシドキシエチルトリメトキシシラン 50 α-グリシドキシエチルトリエトキシシラン

β - グリシドキシエチルトリエトキシシラン

β - グリシドキシプロピルトリメトキシシラン

α-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン

α-グリシドキシプロピルトリエトキシシラン

Q-992ドインプロピルドリエドインシラン

β – グリシドキシプロビルトリエトキシシラン

ィーグリシドキシプロピルトリメトキシシラン

ァーグリシドキシプロピルトリエトキシシラン

γ – グリシドキシプロピルトリプロポキシシラン

γ – グリシドキシプロピルトリブトキシシラン

ィーグリンドキシプロビルトリメトキシエトキシシラン 10 γ-グリシドキシプロビルメチルジプトキシシラン

γ-グリシドキシプロピルトリフェノキシシラン

α-グリシドキシブトリメトキシシラン

α-グリシドキシブチルトリエトキシシラン

β-グリシドキシブチルトリメトキシシラン

β-グリシドキシブチルトリエトキシシラン

ァーグリシドキシブチルトリメトキシシラン

ァーグリシドキシブチルトリエトキシシラン

δ – グリシドキシブチルトリメトキシシラン (3,4-エ ポキシシクロヘキシル) メチルトリメトキシシラン

(3,4-エポキシシクロヘキシル) メチルトリエトキシ シラン

β- (3,4~エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン

β-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリエトキシシラン

β-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリプロポキシシラン

β- (3,4-エポキシシクロヘキシル) エチルトリブト キシシラン

β-(3,4-エポキシシクロヘキシル) エチルトリメト キシエトキシシラン

β-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリフェ ノキシシラン

γ- (3,4-エポキシシクロヘキシル)プロピルトリメトキシシラン

グリシドキシメチルジエトキシシラン

メチルトリプトキシシラン

α – グリシドキシエチルメチルジメトキシシラン

α – グリシドキシエチルメチルジエトキシシラン

* β – グリシドキシエチルメチルジメトキシシラン β – グリシドキシエチルメチルジエトキシシラン α – グリシドキシプロビルメチルジエトキシシラン

β – グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン

8

β – グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン

ァーグリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン

γ – グリシドキシプロピルメチルジェトキシシラン

γ – グリシドキシプロピルメチルジプロポキシシラン

γ − グリシドキシプロピルメチルジメトキシエトキシシラン

γ – グリシドキシプロビルメチルジフェノキシシランγ – グリシドキシプロビルメチルジメトキシシラン

γ – グリシドキシプロビルエチルジメトキシシラン

 γ – グリシドキシプロピルエチルジエトキシシラン γ – (3,4-エポキシシクロヘキシル) プロピルトリエ

トキシシラン δ-(3,4-エポキシシクロヘキシル)ブチルトリメト

 γ – グリシドキシプロピルピニルジェトキシシラン γ – グリシドキシプロピルフェニルジメトキシシラン γ – グリシドキシプロピルフェニルジエトキシシラン δ – (3,4-エポキシシクロヘキシル)ブチルトリエトキシシラン

等が挙げられる。その他の式(B)で表わされる有機化合物としては例えば、

Rf' C, H, SiX,

20 キシシラン

(Rf' C, H,), SiX,

Rf' CONHC, H₆ SiX,

Rf' CONHC, H, NHC, H, SiX,

Rf'CO, N(CH3)C, H, CONH(CH3)SiX,

 $Rf' C_2H_4OCO(CH_4)_3S(CH_4)_3SiX_4$

Rf' C, H, OCONHC, H, SiX,

Rf' C, H, NHC, H, SiX,

CF₃CF₂CF₂O (CFCF₂O) _mCFCONH (.CH₂) ₃SiX₃ | CF₃CF₃

*

30

(ここで、Rf' は炭素数4から16のポリフルオロアルキル基、XはCl,OCH,OC,H, mは1以上の整数、nは4から16の整数を示す。)などのポリフルオロアルキル基含有のシラン化合物、さらにメチルトリメトキシシランメチルトリエトキシシランメチルトリメトキシエトキシシランメチルトリアセトキシシラン

メチルトリフェノキシシラン エチルトリメトキシシラン エチルトリエトキシシラン ビニルトリメトキシシラン ビニルトリエトキシシラン ビニルトリアセトキシシラン ビニルトリメトキシエトキシシラン フェニルトリメトキシシラン フェニルトリアセトキシシラン

α-クロロプロピルトリメトキシシラン

α-クロロプロピルトリエトキシシラン

3,3,3-トリフロロプロピルトリメトキシシラン

α-メタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン

α-アミノプロピルトリメトキシシラン

α-アミノプロピルトリエトキシシラン

α-メルカプトプロピルトリメトキシシラン

α-メルカプトプロピルトリエトキシシラン

キシシラン

β-シアノエチルトリエトキシシラン

メチルトリフェノキシシラン

クロロメチルトリメトキシシラン

クロロメチルトリエトキシシラン

ジメチルジメトキシシラン

フェニルメチルジメトキシシラン

ジメチルジエトキシシラン

フェニルメチルジエトキシシラン

γ - クロロプロピルメチルジメトキシシラン

γ - クロロプロビルメチルジエトキシシラン

ジメチルジアセトキシシラン

アーメタクリルオキシプロピルメチルジメトキシシラン アーメタクリルオキシプロピルメチルジエトキシシラン

アーメルカプトプロピルメチルジメトキシシラン

γ-メルカプトプロビルメチルジエトキシシラン

γ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン

アーアミノプロピルメチルジエトキシシラン

メチルビニルジメトキシシラン

メチルビニルジエトキシシラン

等が挙げられる。

本発明の低反射塗膜組成物において式(A)で表わさ れる化合物および式(B)で表わされる化合物は、それ ぞれにおいて1種のみに限定されることなく、2種以上 を併用することもできる。式(A)で表わされる化合物 であるパーフルオロアルキレン基含有化合物および式

(B)で表わされる有機シラン化合物の配合割合は

(A) 化合物 1~99重量%、(B) 化合物 99~1 重量% であり、適宜選定され得る。

低反射塗膜組成物の調製は(A)化合物および(B) 化合物あるいは必要によって配合される他の成分とを単 に混合するのみでよいが、(A) 化合物およい(B) 化 合物を予め加水分解した部分加水分解物、各化合物の共 部分加水分解を混合するととによっても行なわれる。部米

との共重合体、さらに、ポリフルオロアルキル基含有ア

* 分または共部分加水分解は塩酸、酢酸、硫酸などの酸性 水溶液または純水を添加することによって達成される。 かかる加水分解において水の添加は一度に加えても良い が好ましくは加水分解速度を制御するために、液温、添 加速度を調節しながら行なうのが望ましい。加水分解に 際してはアルコール、アルコキシアルコールなどが生成 するがこれらと水などを加熱および減圧下にて適当量除 去して固形分濃度を比較的任意に調整することができ る。また、除去後、適当な溶媒、例えばアルコール、エ $N-\beta$ (アミノエチル) $-\alpha-$ アミノプロビルトリメト 10 ステル、エーテル、ケトン、ハロゲン化炭化水素、芳香 族系溶媒などを単独または併用して適当な量を加えると とによって、固形分濃度を調整しプラスチック基材への 塗布性を向上させるととができる。

10

本発明における低反射塗膜組成物には前記の如く、 (A) 化合物および(B) 化合物の他に塗膜の形成性、 塗膜の特性の向上を目的として、他の成分が加えられ

ことで塗膜の形成に際しての加熱温度を低くし、加熱 時間を短縮して硬化を促進させるためにはシラノール縮 20 合用硬化触媒の添加が重要である。添加された硬化触媒 は従来公知のものでよく、例えばエタノールアミン、ジ エタノールアミン、エチレンジアミンなどの有機アミ ン、酸化鉛、炭酸鉛、ステアリン酸鉛のような各種鉛化 合物、テトラメチルアンモニウムハイドロオキサイドの ような第4級アンモニウム化合物、アルミニウムアセチ ルアセトン、コバルトアセチルアセトンのような金属キ レート化合物などが挙げられる。

また、低反射塗膜組成物に添加される他の成分とし て、界面活性剤は形成される塗膜の平滑性を向上させる 30 ために有用であり、種々の界面活性剤の使用が可能であ る。界面活性剤は組成物に体して0.01~0.5重量%の範 囲で添加する。さらに目的に応じて他のフッ素含有化合 物、例えば、

ポリフルオロアルキレン基含有ジェポキシ化合物であ

ポリフルオロアルキル基含有メタクリレートとメタクリ ル酸誘導体との共重合体である

との共重合体、

ルコールとメラミン誘導体との反応物である

(上記式中、Rf' はポリフルオロアルキル基を示す。) との反応物など、また、金属酸化物ゾル、エポキシ樹脂、ブチラール樹脂等の各種の添加剤を添加することもできる。形成される塗膜の黄変防止のためには、例えばベンゾフェノン系、トリアゾール系、サルチル酸系などの紫外線吸収剤の添加が有用であり、紫外線吸収剤は組成物との相溶性を考慮して選択され、組成物に対して0.201~5重量%添加される。

本発明において、散乱性凹凸表面を有する透明プラスチック基材の該表面への低反射塗膜組成物の塗膜の形成方法は特に限定されることなく、基材の表面への組成物の塗布は浸せき塗布、回転塗布、スプレー塗布、流し塗り、ローラー塗布などによって行なわれる。塗布後は、70~130°Cの温度に30~120分間加熱して硬化させることによって硬化塗膜とする。かくして低反射塗膜の形成された低反射透明成形体を得ることができる。

[実施例]

以下に本発明を実施例により具体的に説明するが本発明はこれらの実施例にのみ限定されるものでないことは 勿論である。尚、実施例において低反射透明成形体の評価方法は次の通りである。

1 耐摩耗性試験

#0000スチールウール(商品名"ボンスター"日本ボンスター(株)製品)で摩擦し傷のつきにくさを調査して次のように判定した。

A:強く摩擦しても全く傷がつかない

B:強く摩擦すると少し傷がつく

C:強く摩擦すると傷が多くつく

2 反射率測定

自記分光光度計正反射光測定付属装置(日立製作所製:323型)を使用し波長400nμ~700nμの入射角5・に おける平均反射率を測定した。

3 付着性試験

* クロスカットテープテストで塗布表面に1mm間隔で縦横に11本の平行線を入れて100個のマス目をクロスカットし、その上にセロファン粘着テープを付着させた後テープを剥離して100個のマス目の中で剥離しないマス目を調査した。

12

4 耐久性試験

20 煮沸水中に1hr浸漬後の塗膜の付着性及び耐擦傷性を 調査した。

5 視認性評価試験

第1図に示すような20cm立方の暗箱であって、面1は開放され、面2の中心位置に100w白熱灯光源は取付けられ(図では省略)、面2より5cmの位置3に第2図に示す2mm間隔で黒白の縞模様(ゼブラ)の描かれた厚さ2mmのアクリル樹脂板5の挿入部3が設けられ、さらに面1より10cmの位置に実施例にて得られる試料をセットし得る挿入部4が設けられた視認性評価試験装置を用いた。30 この装置にて挿入部3にアクリル樹脂板5および、挿入部4に試料を挿入セットし、面1の開放部より試料を通して確認されるアクリル樹脂板3の縞模様の視認性を調

る反射像の映りを観察した。 評価は以下の基準にて行った。

A 模様の視認性は極めて良好で白紙の反射像もまった く見られない。

査し、さらに1の面に5×5cmの白紙を置いてそれに映

B 模様の視認性は極めて良好だが白紙の反射像はかなり見える。

40 C 模様の視認性は著しく悪いが白紙の反射像はまった く見られない。

D 模様の視察認識性は著しく悪く白紙の反射像もかなり見える。

実施例1~3

低反射塗膜組成物の(A)化合物として下記式(A-I)

で表わされるポリフルオロアルキレン基含有ビスシラン 化合物20gと(B)化合物としてγ-グリシドキシプロ ピルトリメトキシシラン6.2gとをジアセトンアルコール 520gに溶解し、液温を10℃以下に保ちながら1%酢酸水 溶液3.4gを徐々に滴下した。滴下終了後も液温を10℃以 下に1時間保ち、その後室温に戻し5日間放置した。あ らにアルミニウムアセチルアセトネート1.1gをこの加水 分解溶液に混合しコート液(以下HC-01と略す)を調整 した。

とのHC-01に第1表に示す凹凸表面を有する20cm×20 10 cmのジエチレングリコールピス (アリルカーボネート) 重合体よりなる板(板厚2mm)を浸漬し、引上速度6cm/ 分にて引上げてHC-01を塗布し、次いで100℃に20分間 加熱して硬化させて、低反射塗膜の形成された低反射透 明成形体を得た。得られた透明成形体の評価結果を第1 表に示す。

比較例1

実施例1~3におけると同様にコート液HC-01を、実 施例1~3と同様のジエチレングリコールビス(アリル カーボネート) 重合体よりなり、凹凸表面でなく平滑表 20 ルキレン基含有ビスシラン化合物とし、(B) 化合物を 面を有する板に塗布し、硬化させて塗膜の形成された透 明成形体を得た。この成形体の評価結果を第1表に示 す。

比較例2

比較例1におけるジエチレングリコールビス(アリル カーボネート)重合体よりなる平滑表面を有する板にコ ート液を塗布、硬化しない場合の評価結果を第1表に示 す。

比較例3

実地例1 におけるジエチレングリコールビス (アリル*30

(CH₃O)₃SiC₂H₄CFCF₂O(CF₂)₄OCF₂CFC₂H₄Si(OCH₃)₃ ĊFя ĊF® (A - II)

C, F, , C, H, Si (OCH,) ,

得られた透明成形体の評価結果を第3表に示す。 比較例4~5

低反射塗膜組成物の(A)化合物を前記式(A-I) および(A-II)として、その量を第2表に示す通りと し、(B) 化合物を用いることなく、且つ他の添加剤を 第2表に示す通りとして実施例1~3と同様にしてコー

* カーボネート) 重合体よりなる凹凸表面を有する板にコ ート液を塗布、硬化させることなく、低反射塗膜が形成 されない場合の評価結果を第1表に示す。

14

	凹凸表面粗度	反射 率	付着性	耐坡	耐力	視認性	
	(P-V值)	(%)	俚	耐擦傷性	付着 性	耐擦 傷性	姓
実施例 1	1/5 λ	0.9	100	A	100	A	Α
実施例 2	1/2 λ	0.6	100	A	100	A	A
実施例3	1/10 አ	1.1	100	A	100	A	A
比較例 1	平滑	1, 4	100	A	100	A	В
比較例 2	"	2.1	-	_ [-	_	С
比較例3	1/5 λ	1.3	_	_	_	-	С

λ:可視光線の波長

実施例4~12

低反射塗膜組成物の(A)化合物を前記式(A-I) および下記式(A-II~IV)で表わされポリフルオロア 下記式(B – I 〜II)で表わされる有機シラン化合物と し、それらの量および他の添加剤とその量を第2表に示 す通りとして実施例1~3と同様にしてコート液を調製 した。とのコート液を実施例1と同様の凹凸表面を有す るジエチレングリコールビス (アリルカーボネート) 重 合体よりなる板に塗布し硬化させて、低反射塗膜の形成 された低反射透明成形体を得た。

$$(CH_3O)$$
, SiC_2H_4 (CF_2) , C_2H_4Si (OCH_3) , $(A-II)$

表面を有するジエチレングリコールビス(アリルカーボ ネート) 重合体よりなる板に塗布し、硬化させて塗膜の 形成された透明成形体を得た。この成形体の評価結果を 第3表に示す。

第

2

表

化合物名		(A){Ł	合物		(B)化合物 1%酢酸 水溶液			D44*	
	A— I	П —А	A— III	A-IV	B— I	В— П	A READY	DAA*	AA**
実施例 4	20.0				6, 2		3, 4	520	1.1
実施例 5		20,0		ļ		5,6	4,3	476	1.0
実施例 6	15,0				10.0		3.8	480	1.0
実施例 7			25.0		9.8		5.5	660	1.4
実施例 8	20.0					6.0	3,3	520	1.1
実施例 9				18.0		5,5	2.8	474	1.0
実施例10	20.0	27.3]	6.2		7.6	1040	2,2
実施例11	15.0		15,7		4, 1		4,5	694	1.5
実施例12			15.0	11,3		3,5	3, 7	596	1.3
比較例 4							3.0	380	0.8
比較例 5	20.0	20.0					2.0	417	0.9

30 た。

注) 表中の数字は(g)

* DAA:ジアセトンアルコール

** AA:アルミニウムアセチルアセトネート

第 3 表

		反射 率 (%)	付着性	耐擦	耐擦 耐久性		視
		(%)	俚	物性	付着性	耐擦傷性	視認性
集	産施例 4	0.9	100	A	100	A	A
美	₹施例 5	0.9	100	A	100	A	A
美	尾施例 6	1, 1	100	A	100	A	A
美	ミ施例 7	1.0	100	A	100	A	A
箕	『施例 8	0.9	100	A	100	Α -	А
美	尾施例 9	1.3	100	A	100	A	A
美	₹施例10	0.7	100	A	100	A	A
美	ミ施例11	0.8	100	A	100	A	A
美	ミ施例12	0.8	100	A	100	A	A
H	比較例 4	0.8	58	A	41	A	A
H	比較例 5	1,5	100	A	100	В	D

20* 低反射塗膜組成物の(A)化合物を前記式(A-I~IV)で表わされるポリフルオロアルキレン基含有ビスシラン化合物とし、(B)化合物を前記式(B-I~II) および(B-III~IV)で表わされる有機シラン化合物として、それらを第4表に示す通り併用し、且つ他の添加剤とその量を第4表に示す通りとして実施例1~3と同様にしてコート液を調製した。このコート液を実施例1と同様の凹凸表面を有するジエチレングリコールビス(アリルカーボネート)重合体より板に塗布し、硬化させて反射防止塗膜の形成された低反射透明成形体を得

実施例13~21

CH, Si (OCH,),

 $(B-I^{\circ})$

得られた透明成形体の評価結果を第5表に示す。 比較例6~8

低反射塗膜組成物の(B)化合物を前記式(B-I~IV)として、それらを第4表に示す通りの量で併用し、(A)化合物を用いることなく、且つ、他の添加剤を第

(B - II)

4表に示す通りとして実施例1~3と同様にしてコート 液を調製した。このコート液を実施例1と同様の凹凸表 面を有するジエチレングリコールビス(アリルカーボネート)よりなる板に塗布し、硬化させて塗膜の形成された透明成形体を得た。この成形体の評価結果を第5表に示す。

第

4

表

化合物名		(A)YŁ	合物			(B)YŁ	洽物		1%酢	DAA* AA**			
1001014	A— I	А— П	A — III	A-IV	B— I	B— II	B— III	B-IV	1%酢 酸水溶 液	DAA*	AA		
実施例13		15.0			1.9	4.9			3,6	408	0.9		
実施例14	15.0	İ		1		2.7		7,6	5.3	443	0.9		
実施例15		25.0			8.9	17.0			8.4	952	2,0		
実施例16	20,0					11.0		13.0	9,7	750	1,6		
実施例17	20,0				5,5		3.5		3, 1	596	1,3		
実施例18			25.0				3, 6	5.3	6.2	620	1.3		
実施例19]			18.0	5.0		1.6	2.3	3.3	542	1, 1		
実施例20		20.0	16.8		6,7		2,8	4, 1	8.0	952	2.0		
実施例21	20.0		•					8,9	5,5	518	1.1		
比較例 6						20.0		20.0	12.7	575	1,2		
比較例 7					23.0	7.3			3,4	620	1.3		
比較例 8						30.0			6.8	500	1.0		

注) 表中の数字は(g)

* DAA:ジアセトンアルコール

** AA:アルミニウムアセチルアセトネート

第 5 表

	反射	位	耐擦傷性	耐	耐久性		
	率 (%)	着性	物性	付着性	耐擦傷性	視認性	
実施例13	0.7	100	A	100	A	A	
実施例14	1, 1	100	A	100	A	A	
実施例15	1.2	100	A	100	A	A	
実施例16	1, 3	100	A	100	A	A	
実施例17	0.8	100	A	100	A	A	
実施例18	0.9	100	A	100	A	A	
実施例19	0.7	100	A ·	100	A	A	
実施例20	0.8	100	A	100	A	A	
実施例21	1, 1	100	A	100	A	A	
比較例 6	2.1	100	A	100	В	D	
比較例 7	0.9	56	С	55	c	D	
比較例 8	2.0	100	В	100	В	D	

し、しかも簡便で比較的安価な方法によって得られるという特徴をも有している。特に形成される塗膜は耐擦傷性、耐久性に優れているという効果も認められる。

【図面の簡単な説明】

第1図は実施例によって得られた試料の視認性評価試験 装置の斜視図であり、第2図は同装置に用いる黒白の縞 模様の描かれたアクリル樹脂板の正面図である。

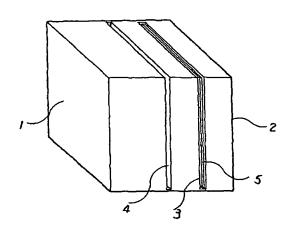
- 1:暗箱の1面であって開放面
- 2:暗箱の1面であって光源が取付けられる面
- 30 3:黒白の縞模様の描かれたアクリル板挿入部
 - 4:試料挿入部
 - 5:黒白の縞模様に描かれたアクリル板

[発明の効果]

本発明の低反射透明成形体は光線反射防止性能および透過率のバランスが保持されるという優れた効果を有

40





【第2図】

